

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

N° 748.453



Classification Internationale :

D01f-D01d

Brevet mis en lecture le :

- 5. 10. 1970

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 3 avril 1970 à 15 h.

du Service de la Propriété Industrielle;

ARRÊTE:

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: BADISCHE ANILIN- & SOODA-FABRIK
AG, Ludwigshafen am Rhein (Allemagne),

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles,

un brevet d'invention pour : Procédé de fabrication de fils de polypropy-

lène,

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet déposée en Allemagne (République Fédérale) le 5 avril 1969, n°

P 19 17 648.8.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 5 octobre 1970

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur Général

740453

OZ 26120

B 53131

cd

DESCRIPTION

jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par la société dite:

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

ayant pour objet : Procédé de fabrication de fils de polypropylène.

Qualification proposée : BREVET D'INVENTION

Priorité d'une demande de brevet déposée en République Fédérale allemande le 5 avril 1969 sous le n° P 19 17 648.8.

La présente invention est relative à un procédé de fabrication de fils de polypropylène d'une section de 0,000125 à 0,005 mm², dans lequel on refoule du polypropylène à 180°-360°C en fils primaires d'une section de 0,000375 à 0,05 mm², et on étire ces fils dans une proportion de 1 : 3 jusqu'à 1 : 15 en longueur axiale avec une température superficielle supérieure à 10°C, mais inférieure au point de fusion des cristallites du polypropylène employé.

Dans les procédés connus de ce genre, on emploie comme polypropylènes les produits usuels, en particulier ceux du commerce. Ce sont des polypropylènes dont moins de 10% en poids sont solubles et plus de 90% insolubles dans 19 fois leur poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique. La viscosité intrinsèque et la répartition des masses moléculaires de la fraction soluble et de la fraction insoluble sont très différentes : en particulier, la viscosité intrinsèque de la fraction soluble est nettement plus basse que celle de la fraction insoluble. Les produits de transformation correspondants résistent généralement assez mal aux variations brutales de charge mécanique.

La présente invention a pour but d'indiquer un procédé du genre ci-dessus permettant d'obtenir des produits de transformation qui ne possèdent pas cet inconvénient ou qui le possèdent à un degré nettement moindre.

On a découvert qu'on pouvait atteindre ce but en employant comme polypropylène un mélange déterminé de deux polypropylènes de solubilités très différentes, mais dont la viscosité intrinsèque et la répartition des masses moléculaires sont voisines.

La présente invention a donc pour objet un procédé de fabrication de fils de polypropylène d'une section comprise entre 0,000125 et 0,005 mm², dans lequel on refoule du polypropylène à une température massique de 180°-360°C en fils primaires d'une section comprise entre 0,000375 et 0,05 mm², et on étire axialement ces fils primaires en longueur dans une proportion de 1 : 3 jusqu'à 1 : 15 (de préférence 1 : 4 jusqu'à 1 : 11) à une température superficielle supérieure à 10°C, mais inférieure au point de fusion des cristallites du polypropylène employé.

Le procédé de l'invention est caractérisé par l'emploi comme polypropylène d'un mélange de :

a) 70 à 80 parties en poids d'un polypropylène dont moins de 1% en poids se dissout dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique, et

b) 20 à 30 parties en poids d'un polypropylène dont plus de 95% en poids se dissout dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique.

avec les conditions suivantes : I. la somme des parties en poids de a) et de b) est égale à 100; II. les polypropylènes a) et b) ont à peu près la même viscosité intrinsèque et à peu près la même répartition des masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel); III. les valeurs absolues de la viscosité intrinsèque $[\eta]$, mesurées dans la tétrahydrofur à 30°C, sont comprises entre 1 et 10, de préférence entre 1,2 et 3,8.

L'expression "à peu près la même" signifie ici qu'aucune des deux valeurs ne s'écarte de plus de $\pm 5\%$ de la moyenne de ces deux valeurs.)

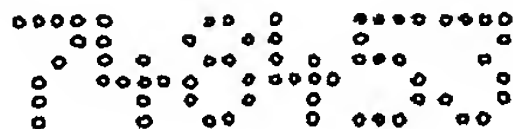
Ce procédé permet de fabriquer des fils d'un profil quelconque, qui résistent aux variations brutales de charge mécanique.

Le polypropylène à employer dans le procédé de l'invention est facile à obtenir en partant de deux faits bien connus : 1° dans la polymérisation du propylène par le procédé Ziegler-Natta (dans le toluène par exemple), il se forme un polypropylène contenant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant, la viscosité intrinsèque de la fraction soluble étant nettement plus basse que celle de la fraction insoluble; 2° dans cette polymérisation, on peut faire varier les conditions de réaction (emploi de régulateurs de masse moléculaire, modifications de la température et de la pression, changement de catalyseur) de manière à élever ou à abaisser les viscosités intrinsèques des deux fractions.

Dans la pratique, on peut donc préparer séparément un polypropylène A à viscosité intrinsèque relativement élevée et un polypropylène B à viscosité intrinsèque relativement basse, de telle façon que la fraction soluble dans le toluène bouillant du polypropylène A ait à peu près la même viscosité intrinsèque que la fraction insoluble dans le toluène bouillant du polypropylène B. Si les deux polypropylènes ont été préparés dans des conditions aussi voisines que possible, la répartition des masses moléculaires est généralement la même ou à peu près la même. En mélangeant ces deux dernières fractions (par exemple dans une boudineuse ou un malaxeur) dans les proportions voulues, on obtient le polypropylène à employer dans le procédé de l'invention. Il va de soi que le procédé de l'invention ne porte pas sur la manière dont le polypropylène a été obtenu, mais seulement sur les propriétés qu'il doit avoir.

Le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre d'une manière connue, avec les appareils et modes opératoires usuels, qui ne seront donc pas décrits ici.

Le polypropylène employé dans l'exemple qui suit a été préparé comme suit :



On part de :

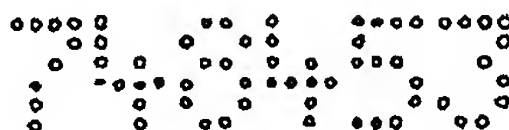
- A. un polypropylène ordinaire en poudre fine, contenant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant. Les viscosités intrinsèques (mesurées dans la décaline à 130°C) sont de 2,6 pour la fraction insoluble et 1,7 pour la fraction soluble;
- B. un autre polypropylène ordinaire en poudre fine, contenant une fraction soluble et une fraction insoluble dans le toluène bouillant. Les viscosités intrinsèques (mesurées dans la décaline à 130°C) sont de 1,6 pour la fraction insoluble et 0,8 pour la fraction soluble.

Par extraction au toluène bouillant, on isole la fraction soluble du polypropylène A et la fraction insoluble du polypropylène B. La répartition des masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel) est presque la même pour ces deux fractions. On les mélange intimement dans le rapport 25/75 en poids dans une boudineuse à 220°C. Les cristallites du polypropylène ainsi obtenu fondent vers 160°C.

EXEMPLE.-

A partir du polypropylène ci-dessus, on prépare des fils primaires d'une section de 0,0122 mm² par refoulement à 230°C, et on étire ces 20 fils axialement en longueur dans la proportion 1 : 6 avec une température superficielle de 150°C.

On obtient des fils d'une section de 0,00187 mm² (ce qui correspond à 15 deniers). Ces fils résistent mieux aux variations brutales de charge mécanique que les fils obtenus de la même manière à partir des 25 polypropylènes ordinaires.



- REVENDICATION -

Procédé de fabrication de fils de polypropylène d'une section comprise entre 0,000125 mm² et 0,005 mm², par refoulement d'un polypropylène à 180°-360°C en fils primaires d'une section de 0,000375 mm² à 0,05 mm² et étirage de ces fils axialement en longueur dans une proportion de 1 : 3 jusqu'à 1 : 15 à une température superficielle supérieure à 10°C, mais inférieure au point de fusion des cristallites du polypropylène employé, caractérisé par l'emploi comme polypropylène d'un mélange de :

a) 70 à 80 parties en poids d'un polypropylène dont moins de 1% en poids est soluble dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique, et

b) 20 à 30 parties en poids d'un polypropylène dont plus de 99% en poids sont solubles dans 19 fois son poids de toluène bouillant à la pression atmosphérique,

avec les conditions suivantes : I. la somme des parties en poids de a) et de b) est égale à 100; II. les polypropylènes a) et b) ont à peu près la même viscosité intrinsèque et à peu près la même répartition des masses moléculaires (mesurée par chromatographie sur gel); III. les valeurs absolues de la viscosité intrinsèque $[\eta]$, mesurées dans la décaline à 130°C, sont comprises entre 1 et 10.

BRUXELLES - 3 AVR 1970

D. P. *Baudouin, Ombler*
L. Fode, Faland
Abt. Ingenieurwesen
 P. P. *VERA DER GARDEN*